

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-69624

(P2002-69624A)

(43) 公開日 平成14年3月8日(2002.3.8)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テ-グ-ト*(参考)
C 2 3 C 14/34		C 2 3 C 14/34	A 4 K 0 2 9
C 2 2 C 28/00		C 2 2 C 28/00	B 5 D 1 2 1
G 1 1 B 7/26	5 3 1	G 1 1 B 7/26	5 3 1

審査請求 未請求 請求項の数7 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願2000-261374(P2000-261374)

(22) 出願日 平成12年8月30日(2000.8.30)

(71) 出願人 000003078

株式会社東芝

東京都港区芝浦一丁目1番1号

(72) 発明者 渡邊 光一

神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株式会社東芝横浜事業所内

(72) 発明者 鈴木 幸伸

神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株式会社東芝横浜事業所内

(74) 代理人 10007/849

弁理士 須山 佐一

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 スパッタリングターゲット

(57) 【要約】

【課題】 Ge単体膜、Ge化合物膜、Ge合金膜などをスパッタ法により成膜する際に、スパッタリングに要するタクトタイムを短縮するために、ターゲットへの投入電力を増大させた場合においても、マイクロアークの発生を有効に抑制することを可能にする。

【解決手段】 高純度Ge、もしくはAl、Si、Fe、Cr、Ta、Nb、Cu、Mn、Mo、W、Ni、Ti、Zr、Hf、Co、Ir、Pt、Ru、BおよびCから選ばれる少なくとも1種の元素を0.1~50原子%の範囲で含むGe合金からなるスパッタリングターゲットである。スパッタリングターゲットを構成している高純度GeまたはGe合金は、Ag含有量およびAu含有量がそれぞれ5ppm以下とされている。さらに、ターゲット全体としてのAg含有量およびAu含有量のバラツキはそれぞれ30%以内とされている。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 高純度Ge、もしくはAl、Si、Fe、Cr、Ta、Nb、Cu、Mn、Mo、W、Ni、Ti、Zr、Hf、Co、Ir、Pt、Ru、BおよびCから選ばれる少なくとも1種の元素を0.1~50原子%の範囲で含むGe合金からなるスパッタリングターゲットであって、

前記高純度GeまたはGe合金は、Ag含有量およびAu含有量がそれぞれ5ppm以下であることを特徴とするスパッタリングターゲット。

【請求項2】 請求項1記載のスパッタリングターゲットにおいて、

前記ターゲット全体としての前記Ag含有量およびAu含有量のバラツキがそれぞれ30%以内であることを特徴とするスパッタリングターゲット。

【請求項3】 請求項1記載のスパッタリングターゲットにおいて、

前記高純度GeまたはGe合金は、前記AgおよびAuの合計含有量が8ppm以下であることを特徴とするスパッタリングターゲット。

【請求項4】 請求項3記載のスパッタリングターゲットにおいて、

前記ターゲット全体としての前記AgおよびAuの合計含有量のバラツキが30%以内であることを特徴とするスパッタリングターゲット。

【請求項5】 請求項1ないし請求項4のいずれか1項記載のスパッタリングターゲットにおいて、

前記ターゲットはバックングプレートと接合されていることを特徴とするスパッタリングターゲット。

【請求項6】 請求項1ないし請求項4のいずれか1項記載のスパッタリングターゲットにおいて、

前記ターゲットは光ディスクの構成層を形成する際に用いられることを特徴とするスパッタリングターゲット。

【請求項7】 請求項1ないし請求項4のいずれか1項記載のスパッタリングターゲットにおいて、

前記ターゲットは光ディスクの中間層を構成するGe層、Ge化合物層またはGe合金層を形成する際に用いられることを特徴とするスパッタリングターゲット。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、例えば光ディスクの構成層としてのGe層、Ge化合物層、Ge合金層などを形成する際に用いられるスパッタリングターゲットに関する。

【0002】

【従来の技術】近年、情報記録の分野では情報量の増大に伴って、大量のデータを高速にかつ高密度に記録・再生することが可能な記録装置や記録媒体が求められている。光ディスクは、このような用途に適した記録媒体とすることができる。代表的な光ディスクとしては、光磁

気効果を利用した光磁気記録媒体や、記録層を結晶状態と非晶状態との間で可逆的に相変化させ、この相変化に伴う反射率の違いを利用した相変化型光記録媒体が挙げられる。

【0003】相変化型光記録媒体は、レーザー光を照射することで記録層を相変化させ、これにより情報の記録・消去を行うものであり、光学系の構造が簡単であるというような特徴を有している。さらに、光磁気記録のように磁界を必要とせず、光の強度変調による重ね書き（オーバーライト）が容易で、またさらにデータ転送速度が速いというような特徴を有している。加えて、CD-ROMなどの再生専用ディスクとの互換性にも優れており、DVD-RAMなどをはじめとする大容量タイプの書換え可能型記録媒体に適用されている。

【0004】相変化型光ディスクの構造としては、例えばポリカーボネート基板上などに反射層／保護層／中間層／記録層／中間層／保護層の6層を形成した構造が挙げられる。記録層にはGeSbTe系合金やInSbTe系合金などのカルコゲン系合金薄膜が適用されている。また、保護層にはZnS-SiO₂が、反射層にはAl-Mo、Al-Ti、Agなどの材料が使用されている。中間層は、記録性の向上のために設けられるようになったものであり、Ge単体、GeNのようなGe化合物、Ge-CrやGe-SiなどのGe合金などで構成されている。

【0005】上記したような層構造を有する相変化型光ディスクは、スパッタ法で各構成層を形成して作製することが一般的である。具体的には、カセット式回転タイプのスパッタリング装置を用い、あるタクトタイムを維持しながら各構成層を連続して形成することによって、光ディスクを作製している。光ディスクの生産量は膨大であり、また製造コストの低減が求められていることから、各構成層を形成する際のスパッタリングに要するタクトタイムは短縮する方向に進んでいる。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】上述したように、相変化型などの光ディスクを製造するにあたっては、各構成層を形成する際のスパッタリングに要するタクトタイムを短縮し、これにより光ディスクの製造工数ならびに製造コストを低減することが進められている。このような状況下で、特に中間層を構成するGeやGe合金は、他の構成層の材料に比べてスパッタレートが低いことから、タクトタイムの短縮を図ることが求められている。

【0007】スパッタ法による成膜のタクトタイムを短縮する有効な手段としては、ターゲットに印加する電力を増大させ、パワー密度を高める手法が挙げられる。しかしながら、従来のGeの単体ターゲットやGe合金からなるターゲットを用いてスパッタリングを行った場合、ターゲットに印加されるパワー密度が大きくなると、微小異常放電（マイクロアーク）の発生数が増加

し、得られる膜中に多量のダストが含まれるという問題が生じる。

【0008】本発明はこのような課題に対処するためになされたもので、Geの単体膜、Ge化合物膜、Ge合金膜などをスパッタ法により成膜する際に、スパッタリングに要するタクトタイムを短縮するために、ターゲットへの投入電力を増大させた場合においても、マイクロアークの発生を有効に抑制することを可能にしたスパッタリングターゲットを提供することを目的としている。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明者等は、上記したGe単体ターゲットやGe合金ターゲットを用いた際のマイクロアークの発生について、種々の検討ならびに実験を繰り返した結果、ターゲット中に不純物として含まれるAg量およびAu量とマイクロアークの発生数との間に相関性があることを見出した。

【0010】すなわち、AgやAuはスパッタリング率が高く、またスパッタリングターゲットを構成するGeや合金元素よりもイオン化効率が高いことから、出力を上げてスパッタリングを実施した際に、AgやAuが優先的に放電を引き起こすことになる。これらイオン化効率が高いAgおよびAuに基づく放電がマイクロアークの発生原因となっている。従って、Ge単体ターゲットやGe合金ターゲット中のAgおよびAuの含有量を低減することによって、マイクロアークの発生回数を大幅に低減することが可能となる。

【0011】本発明は上述したような知見に基づくものであり、本発明のスパッタリングターゲットは、請求項1に記載したように、高純度Ge、もしくはAl、Si、Fe、Cr、Ta、Nb、Cu、Mn、Mo、W、Ni、Ti、Zr、Hf、Co、Ir、Pt、Ru、BおよびCから選ばれる少なくとも1種の元素を0.1~50原子%の範囲で含むGe合金からなるスパッタリングターゲットであって、前記高純度GeまたはGe合金はAg含有量およびAu含有量がそれぞれ5ppm以下とされていることを特徴としている。

【0012】さらに、本発明のスパッタリングターゲットは、請求項2に記載したように、前記ターゲット全体の前記Ag含有量およびAu含有量のバラツキがそれぞれ30%以内であることを特徴としている。

【0013】本発明のスパッタリングターゲットを構成する高純度Geまたは高純度Ge合金は、請求項3に記載したように、AgおよびAuの合計含有量が8ppm以下であることがさらに好ましい。また、請求項4に記載したように、AgおよびAuの合計含有量のバラツキについても、ターゲット全体として30%以内とすることが好ましい。

【0014】本発明のスパッタリングターゲットは、例えば請求項6に記載したように、光ディスクの構成層を形成する際に用いられるものである。特に、請求項7に

記載したように、光ディスクの中間層を構成するGe層、Ge化合物層またはGe合金層の形成用として好適である。

【0015】

【発明の実施の形態】以下、本発明を実施するための形態について説明する。

【0016】本発明のスパッタリングターゲットは、Ag含有量およびAu含有量をそれぞれ5ppm以下とした高純度GeまたはGe合金からなるものである。ターゲットの構成材料としてのGe合金は、Al、Si、Fe、Cr、Ta、Nb、Cu、Mn、Mo、W、Ni、Ti、Zr、Hf、Co、Ir、Pt、Ru、BおよびCから選ばれる少なくとも1種の元素(M元素)を0.1~50原子%の範囲で含むものである。

【0017】ここで、スパッタリングターゲットをGe合金で構成する場合、合金元素としてのM元素は膜の使用目的に応じて適宜に選択される。例えば、スパッタ膜を光ディスクの中間層として使用する場合には、M元素としてSi、Cr、W、Ta、Bなどを適用することが好ましい。このような場合のM元素の含有量は、記録層と保護層の密着力を良好にする上で、0.1~50原子%の範囲とすることが好ましい。また、スパッタ膜をバリアメタルとして使用する場合には、M元素としてTi、Zr、Hf、Nbなどを適用することが好ましい。このような場合のM元素の含有量は、抵抗率を向上させないとの理由から上記した範囲とすることが好ましい。

【0018】上述したようなAg含有量およびAu含有量をそれぞれ低減した高純度GeもしくはGe合金からなるターゲットによれば、大きな電力を投入してスパッタリングを実施した場合においても、ダストの発生原因となるマイクロアークの発生を有効に抑制することが可能となる。

【0019】すなわち、Ge単体ターゲットもしくはGe合金ターゲットを用いたスパッタ成膜において、ターゲット組成の膜を形成する際にはAr、Kr、Xe、Neなどの希ガスがスパッタガスとして用いられる。また、GeNやGeOなどのGe化合物膜、さらにはGe合金窒化膜やGe合金酸化膜などを形成する場合には、リアクティブスパッタ法が適用され、希ガスと窒素もしくは酸素ガスとの混合ガスがスパッタガスとして使用される。

【0020】Ge膜、Ge化合物膜、Ge合金膜などのGe系薄膜は、上述したようなスパッタ方式を採用したDCもしくはRFスパッタにより成膜される。このようなGe系薄膜のスパッタ成膜において、GeやGe合金はスパッタレートが低いことから、通常のスパッタ条件では成膜時間(タクトタイム)が長くなるという欠点がある。そこで、タクトタイムを短縮するために、ターゲットに大きな電力を印加することが行われており、これによりスパッタレートを高めて成膜を実施している。G

eやGe合金のスパッタレートの向上には、例えばDCスパッタでは100W以上の電力を使用することが有効となる。

【0021】このように、Ge単体ターゲットやGe合金ターゲットに大きな電力を投入すると、ターゲットに印加されるパワー密度は非常に大きくなる。GeやGe合金のような半導体材料では、パワー密度が大きくなるとマイクロアーク（微小異常放電）が頻繁に発生する。マイクロアークはダスト数の増加原因となる。

【0022】そこで、Ge単体ターゲットやGe合金ターゲットにおけるマイクロアークの発生原因について調査ならびに検討した結果、ターゲット中に含まれる不純物のうち、特にAgおよびAuがマイクロアークの発生に影響していることを見出した。すなわち、ターゲット中に不純物として含まれるAg量およびAu量とマイクロアークの発生数との間に相関性があることを見出した。

【0023】AgおよびAuはスパッタリング率が非常に大きく、かつターゲットを構成するGeやGe以外の合金元素（M元素）よりもイオン化効率が高いことから、パワー密度を大きくした際に、AgやAuが優先的に放電を引き起こすことになる。このAgやAuの優先的な放電がマイクロアークの発生原因となっている。他の不純物元素については優先的な放電を引き起こすことがないため、マイクロアークに対してはほとんど影響を及ぼしていない。

【0024】このようなことから、本発明のスパッタリングターゲットにおいては、ターゲットの構成材料である高純度Geまたは高純度Ge合金に含まれるAg量およびAu量をそれぞれ質量比で5ppm以下としている。すなわち、スパッタリングターゲットのAg含有量およびAu含有量のいずれか一方でも5ppmを超えると、AgやAuが優先的にターゲット表面に拡散してきて、突発的にマイクロアーク（微小異常放電）を引き起こすことになる。

【0025】Ag含有量およびAu含有量をそれぞれ5ppm以下としたスパッタリングターゲットによれば、上述したようなAgやAuに起因するマイクロアーク（微小異常放電）を有効に抑制することができる。このように、スパッタリング時におけるマイクロアークの発生を抑制することによって、ダスト量の少ない健全な膜、例えばGe膜、Ge化合物膜、Ge合金膜などを再現性よく形成することが可能となる。

【0026】本発明のスパッタリングターゲットにおいて、Ag含有量およびAu含有量はそれぞれ3ppm以下とすることがさらに好ましく、望ましくは1ppm以下である。また、Ag含有量およびAu含有量は、これらの合計量として8ppm以下とすることが好ましい。このようなスパッタリングターゲットによれば、マイクロアークの発生をより有効に抑制することができる。AgおよびA

uの合計含有量は5ppm以下とすることがより好ましく、さらに望ましくは3ppm以下である。

【0027】本発明のスパッタリングターゲットにおいて、Ag含有量およびAu含有量のバラツキは、それぞれターゲット全体に対して30%以内とすることが好ましい。このように、ターゲット全体に対するAgおよびAuの含有量のバラツキをそれぞれ低く抑えることによって、ターゲット全体としてマイクロアークの発生を有効に抑制することができる。AgおよびAuの含有量のバラツキが大きいと、ターゲット全体としての含有量は低くても、局所的にAgもしくはAuの含有量の高い領域に基づいて、マイクロアークが発生するおそれがある。

【0028】Ag含有量およびAu含有量のバラツキは、それぞれターゲット全体として15%以内とすることがさらに好ましい。また、AgおよびAuの個々のバラツキだけでなく、AgとAuの合計含有量についてもバラツキを低く抑えることが好ましい。具体的には、AgおよびAuの合計含有量のバラツキをターゲット全体として30%以内とすることが好ましく、さらに好ましくは15%以内である。なお、AgおよびAuの合計含有量のバラツキとは、ターゲット各部におけるAgおよびAuの微視的な含有量の合計（合計含有量）を比較した場合のバラツキを示すものである。

【0029】ここで、本発明のスパッタリングターゲットにおけるAgおよびAuの含有量は、以下に示す方法により測定された値を示すものとする。すなわち、図1に示すように、例えば円板状ターゲットの中心部（位置1）と、中心部を通り円周を均等に分割した4本の直線上の外周近傍位置（位置2～9）およびその1/2の距離の位置（位置10～17）とから、それぞれ長さ10mm、幅10mmの試験片を採取する。これら17点の試験片のAg量およびAu量をそれぞれ測定し、これらの測定値を平均した値を、本発明のスパッタリングターゲットにおけるAg含有量およびAu含有量とする。また、これら元素の合計含有量は、AgおよびAuの各元素の含有量の平均値を合計した値を示すものである。Ag量およびAu量はICP-AES法に基づいて測定する。

【0030】さらに、ターゲット全体としてのAg含有量およびAu含有量のバラツキ、さらにはAgおよびAuの合計含有量のバラツキは、上記した17点の試験片から求めたAg含有量、Au含有量、AgおよびAuの合計含有量のそれぞれの最大値および最小値から、 $\{(\text{最大値} - \text{最小値}) / (\text{最大値} + \text{最小値})\} \times 100$ の式に基づいて求めた値をそれぞれ示すものとする。

【0031】本発明のスパッタリングターゲットは、上述したように高純度GeもしくはGe合金中のAg含有量およびAu含有量を、AgおよびAuがそれぞれマイクロアークの発生原因とならない程度に低減したことに特徴を有するものである。これらAgおよびAuの含有量を除くターゲットの構成、すなわち高純度Geもしくは

はGe合金の構成については、通常のターゲットと同程度であれば特に限定されるものではない。すなわち、高純度GeもしくはGe合金は、通常の高純度金属材料と同程度の不純物であれば含んでいてもよい。

【0032】ただし、高純度GeもしくはGe合金中の不純物量（AgおよびAuを除く）があまり多いと、例えば光ディスクの中間層などとしての特性が低下するおそれがある。従って、本発明のスパッタリングターゲットは、不純物元素としてのFe、Ni、Mn、Na、Kの合計含有量が5000ppm以下の高純度GeもしくはGe合金で構成することが好ましい。言い換えると、Fe、Ni、Mn、Na、Kの各含有量（質量%）の合計量を100%から引いた値 $[100 - (\text{Fe}\% + \text{Ni}\% + \text{Mn}\% + \text{Na}\% + \text{K}\%)]$ が99.5%以上の高純度Geもしくは高純度Ge合金を用いることが好ましい。

【0033】本発明のスパッタリングターゲットにおいて、Ge合金により構成されたターゲットは、Al、Si、Fe、Cr、Ta、Nb、Cu、Mn、Mo、W、Ni、Ti、Zr、Hf、Co、Ir、Pt、Ru、BおよびCから選ばれる少なくとも1種の元素（M元素）を0.1～50原子%の範囲で含み、残部がGeおよび不可避不純物からなり、かつAgおよびAuの含有量がそれぞれ5ppm以下とされたものである。

【0034】本発明のスパッタリングターゲットは、例えば焼結法もしくは溶解法により作製される。焼結法を適用する場合には、まずターゲット原料として高純度Ge粉末を用意する。高純度Ge粉末に関しては、Ag含有量およびAu含有量を本発明の規定内とする上で、H₂雰囲気中で200～400℃で熱処理して脱ガス処理を行うなどにより精製した粉末を使用することが好ましい。

【0035】また、Ge合金ターゲットを作製する場合には、合金元素としてのM元素粉末を用意する。M元素の種類および添加量は、目的とするスパッタ膜の種類に応じて適宜に選択される。ここで、M元素粉末としては、上記した高純度Ge粉末と混合した際に、Ag量およびAu量が本発明の規定内となるような純度、すなわちAg含有量およびAu含有量を有するものが用いられる。

【0036】Ge単体ターゲットを作製する場合には、上述したような高純度Ge粉末を所定のターゲット形状に合せたカーボン型などに充填し、例えばホットプレスにより加圧焼結する。また、Ge合金ターゲットを作製する場合には、上述したような高純度Ge粉末とM元素粉末とを所定の比率で混合した粉末を、同様にターゲットサイズに合せたカーボン型などに充填し、ホットプレスなどにより加圧焼結する。Ge粉末とM元素粉末との混合は、例えばボールミルを用いて12時間以上実施することが好ましい。

【0037】上述したような加圧焼結工程においては、焼結温度まで昇温する前に、例えば400～600℃の温度で

2時間程度保持して脱ガス処理を実施することが好ましい。これは原料粉末に付着している吸着酸素や他の不純物元素を除去するためである。このような脱ガス処理を実施した後に、例えば6.5Pa以下の真空雰囲気下で9.8MPa以上の圧力を加えつつ加熱して焼結させる。焼結温度は対象材料の状態図から得られる融点の±30℃の範囲内とすることが好ましく、そのような焼結温度での保持時間は2時間以上とすることが好ましい。

【0038】このような条件下で焼結させることによって、ターゲット材料（焼結体）中のAgおよびAuの均質化（バラツキの減少）を図ることができる。また、上記したような加圧焼結工程は、結晶格子の配列を整合させる役割を果たすことから、微小内部欠陥の除去などに対して有効に作用する。

【0039】上述したような加圧焼結工程により得られたターゲット材料を機械加工し、これを例えばAlやCuからなるバックングプレートと接合する。バックングプレートとの接合には、拡散接合やろう付け接合などが適用される。拡散接合時の温度は600℃以下とすることが好ましい。また、ろう付け接合は公知のIn系やSn系の接合材を使用して実施する。このようにして得られたターゲット素材を所定サイズに機械加工することによって、本発明のスパッタリングターゲットが得られる。

【0040】本発明のスパッタリングターゲットの製造に溶解法を適用する場合には、焼結法と同様に高純度のGe材料、さらには合金元素としてのM元素材料を用意する。また、M元素材料には、Ge材料と混合した際に、Ag量およびAu量が本発明の規定内となるような純度、すなわちAg含有量およびAu含有量を有するものを使用する。

【0041】Ge単体ターゲットを作製する場合には、上述したような高純度Ge材料を例えば真空溶解した後に、所定のターゲット形状に合せた鋳型内に流し込んでGeインゴットを作製する。また、Ge合金ターゲットの場合には、Ge材料とM元素材料を所望の合金組成となるように秤量し、これを例えば真空溶解した後に鋳型内に流し込んで、あるいはゾーンメルティング法によりGe合金インゴットを作製する。

【0042】このような溶解工程において、得られるターゲット材料（インゴット）中のAgおよびAuの均質化（バラツキの減少）を図る上で、誘導溶解で溶湯状態を5分間以上保持するなどを実施することが好ましい。溶解工程により得られたターゲット材料は、焼結法を適用したターゲット材料と同様に、機械加工した後にバックングプレートと接合し、さらに所定サイズに機械加工することによって、本発明のスパッタリングターゲットが得られる。

【0043】本発明のスパッタリングターゲットは、記録媒体の構成層、半導体デバイスの構成膜、液晶表示素子やPDPなどの構成膜など、種々の分野で用いられる

Ge単体膜、GeNやGeOなどのGe化合物膜、Ge-Cr、Ge-Si、Ge-WなどのGe合金膜、さらにはGe合金の窒化膜や酸化膜などを形成する際に用いられる。特に、本発明のスパッタリングターゲットは、相変化型光ディスクの構成層、具体的にはGe単体膜、Ge化合物膜、Ge合金膜などからなる中間層の形成に好ましく用いられるものである。

【0044】本発明のスパッタリングターゲットによれば、ターゲットに大きな電力を投入し、GeもしくはGe合金のスパッタレートを高めて成膜を実施した場合においても、AgやAuに起因するマイクロアーク（微小異常放電）の発生を有効に抑制することができる。従って、短いタクトタイムで良好なGe系薄膜（Ge単体膜、Ge化合物膜、Ge合金膜など）、すなわちダスト数の少ないGe系薄膜を得ることができる。これは相変化型光ディスクの製造工数や製造コストの低減に大きく寄与するものである。

【0045】

【実施例】次に、本発明の具体的な実施例およびその評価結果について述べる。

【0046】実施例1、比較例1

まず、AgおよびAuの含有量、さらに不純物元素としてのFe、Ni、Cu、Mnなどの含有量を変化させた12種類のGe粉末を用意した。これら各Ge粉末をカーボン型内に充填してホットプレス装置にセットし、まず6.7Pa以下の真空雰囲気中にて600℃×2hの条件で脱ガス

処理をそれぞれ実施した。次いで、同様な真空雰囲気中で25MPaの圧力を加えつつ920℃まで昇温し、この圧力および温度で5時間保持することによって、それぞれターゲット材料としてのGe焼結体を作製した。焼結後の冷却は雰囲気をArで置換し、かつ10℃/minの冷却速度で実施した。

【0047】このようにして作製した各Ge焼結体を所望のターゲット寸法（直径180mm×厚さ6mm）に機械加工した後、Cu製バックングプレートにろう付け接合することによって、12種類のGeスパッタリングターゲットをそれぞれ得た。各ターゲットの元素含有量については、ICP-AES装置（発光分光分析装置：セイコーインスツルメンツ社製・SPQ9000）によって分析した。

【0048】得られた12種類のGeターゲットをそれぞれ用いて、スパッタ方式：回転成膜、基板-ターゲット間距離：120mm、スパッタガス：Ar（0.5Pa）、背圧：1×10⁻⁵Pa、出力DC：1kW、スパッタ時間：5min、の条件下で、直径120mmのポリカーボネート基板上にGe膜を成膜した。この成膜工程におけるマイクロアークの発生回数（/5min）を、ランドアークテクノロジー社製MAN-GENESIS装置のカウント数として調べた。さらに、得られたGe膜中のダスト数（0.2μm以上）をダストカウンタで測定した。これらの結果を表1に示す。

【0049】

【表1】

	試料 No	ターゲット（Geターゲット）の不純物量（ppm）											マイクロ アーク数 （回/300a）	ダスト数 （p/枚）
		Fe	Ni	Cu	Mn	Na	K	C	N	O	Ag	Au		
実施例 1	1	<10	<10	<10	<10	<10	<10	<100	<100	<2000	0.01	0.01	4	0
	2	240	<10	<10	<10	<10	<10	<100	<100	<2000	1.1	0.3	3	2
	3	<10	140	<10	<10	<10	<10	<100	<100	<2000	0.7	0.05	3	0
	4	<10	<10	430	<10	<10	<10	<100	<100	<2000	1.05	2.02	2	1
	5	<10	<10	<10	330	<10	<10	<100	<100	<2000	0.09	4.01	4	4
	6	<10	<10	<10	<10	390	<10	<100	<100	<2000	3.5	1.02	4	6
	7	<10	<10	<10	<10	<10	240	<100	<100	<2000	0.08	0.05	3	0
	8	<10	<10	<10	<10	<10	<10	1340	<100	<2000	2.3	0.8	2	5
	9	<10	<10	<10	<10	<10	<10	<100	750	<2000	0.01	1.62	0	2
	10	<10	<10	<10	<10	<10	<10	<100	<100	8900	0.6	0.09	1	2
比較例 1	11	<10	<10	<10	<10	<10	<10	<100	<100	<2000	75	1.4	30	30
	12	<10	<10	<10	<10	<10	<10	<100	<100	<2000	0.92	90	46	40

表1から明らかなように、Ag含有量およびAu含有量を低減した本発明のGeスパッタリングターゲットは、マイクロアークの発生数が少なく、それに伴ってスパッタ膜中のダスト数も低減されていることが分かる。

【0050】実施例2、比較例2

まず、AgおよびAuの含有量、さらに不純物元素としてのFe、Ni、Cu、Mnなどの含有量を変化させた12種類のGe粉末を用意した。これら各Ge粉末に、Ge-20at%Crの組成となるように、それぞれ所定量のCr粉末を添加した後、ボールミルで24時間混合した。ボールミルによる混合はAr雰囲気中で実施した。

【0051】上記した各混合粉末をそれぞれカーボン型

内に充填してホットプレス装置にセットし、まず6.7Pa以下の真空雰囲気中にて600℃×2hの条件で脱ガス処理をそれぞれ実施した。次いで、同様な真空雰囲気中で25MPaの圧力を加えつつ880℃まで昇温し、この圧力および温度で5時間保持することによって、それぞれターゲット材料としてのGe-Cr合金焼結体を作製した。焼結後の冷却は雰囲気をArで置換し、かつ10℃/minの冷却速度で実施した。

【0052】このようにして作製した各Ge-Cr合金焼結体を所望のターゲット寸法（直径180mm×厚さ6mm）に機械加工した後、Cu製バックングプレートにろう付け接合することによって、12種類のGe-Cr合金スバ

タタリングターゲットをそれぞれ得た。各ターゲットの元素含有量は実施例1と同様にして分析した。

【0053】得られた12種類のGe-Cr合金ターゲットをそれぞれ用いて、実施例1と同一条件で直径120mmのポリカーボネート基板上にGe-Cr合金膜を成膜した。この成膜工程におけるマイクロアークの発生回数

(/5min)を、実施例1と同様にして調べた。さらに、得られたGe-Cr合金膜中のダスト数についても同様にして測定した。これらの結果を表2に示す。

【0054】

【表2】

試料 No	ターゲット (Ge-20at%Crターゲット) の不純物量 (ppm)											マイクロ アーク数 (回/300s)	ダスト数 (p/枚)
	Fe	Ni	Cu	Mn	Na	K	C	N	O	Ag	Au		
実施例 2	1	<10	<10	<10	<10	<10	<100	<100	<2000	0.09	0.05	1	4
	2	350	<10	<10	<10	<10	<100	<100	<2000	2.05	0.21	1	6
	3	<10	290	<10	<10	<10	<100	<100	<2000	0.32	0.05	3	3
	4	<10	<10	330	<10	<10	<100	<100	<2000	0.34	1.81	4	2
	5	<10	<10	<10	460	<10	<100	<100	<2000	4.01	0.09	2	2
	6	<10	<10	<10	<10	240	<100	<100	<2000	0.21	0.66	2	4
	7	<10	<10	<10	<10	520	<100	<100	<2000	2.72	1.05	1	5
	8	<10	<10	<10	<10	<10	2040	<100	<2000	0.04	2.11	2	3
	9	<10	<10	<10	<10	<10	<100	690	<2000	0.57	0.04	4	4
	10	<10	<10	<10	<10	<10	<100	<100	7700	3.07	0.01	2	6
比較例 2	11	<10	<10	<10	<10	<10	<100	<100	<2000	48	0.22	36	32
	12	<10	<10	<10	<10	<10	<100	<100	<2000	0.89	32	40	38

表2から明らかなように、Ag含有量およびAu含有量を低減した本発明のGe合金スパッタリングターゲットは、マイクロアークの発生数が少なく、それに伴ってスパッタ膜中のダスト数も低減されていることが分かる。

【0055】実施例3、比較例3

まず、AgおよびAuの含有量、さらに不純物元素としてのFe、Ni、Cu、Mnなどの含有量を変化させた12種類のGe粉末を用意した。これら各Ge粉末に、Ge-15at%Wの組成となるように、それぞれ所定量のW粉末を添加した後、ボールミルで24時間混合した。ボールミルによる混合はAr雰囲気中で実施した。

【0056】上記した各混合粉末をそれぞれカーボン型内に充填してホットプレス装置にセットし、まず6.7Pa以下の真空雰囲気中にて600℃×2hの条件で脱ガス処理をそれぞれ実施した。次いで、同様な真空雰囲気中で25MPaの圧力を加えつつ930℃まで昇温し、この圧力および温度で5時間保持することによって、それぞれターゲット材料としてのGe-W合金焼結体を作製した。焼結後

の冷却は雰囲気をArで置換し、かつ10℃/minの冷却速度で実施した。

【0057】このようにして作製した各Ge-W合金焼結体を所望のターゲット寸法(直径180mm×厚さ6mm)に機械加工した後、Cu製バックングプレートにろう付け接合することによって、12種類のGe-W合金スパッタリングターゲットをそれぞれ得た。各ターゲットの元素含有量は実施例1と同様にして分析した。

【0058】得られた12種類のGe-W合金ターゲットをそれぞれ用いて、実施例1と同一条件で直径120mmのポリカーボネート基板上にGe-Cr合金膜を成膜した。この成膜工程におけるマイクロアークの発生回数(/5min)を、実施例1と同様にして調べた。さらに、得られたGe-W合金膜中のダスト数についても同様にして測定した。これらの結果を表3に示す。

【0059】

【表3】

試料 No	ターゲット (Ge-20at%Wターゲット) の不純物量 (ppm)											マイクロ アーク数 (回/300s)	ダスト数 (p/枚)
	Fe	Ni	Cu	Mn	Na	K	C	N	O	Ag	Au		
実施例 3	1	<10	<10	<10	<10	<10	<100	<100	<2000	0.09	0.01	1	2
	2	410	<10	<10	<10	<10	<100	<100	<2000	0.31	0.05	2	2
	3	<10	280	<10	<10	<10	<100	<100	<2000	0.62	0.68	1	4
	4	<10	<10	260	<10	<10	<100	<100	<2000	3.21	0.04	0	3
	5	<10	<10	<10	220	<10	<100	<100	<2000	1.44	2.14	1	2
	6	<10	<10	<10	<10	310	<100	<100	<2000	0.88	0.26	2	2
	7	<10	<10	<10	<10	420	<100	<100	<2000	4.09	3.29	2	3
	8	<10	<10	<10	<10	<10	380	<100	<2000	3.22	0.08	3	5
	9	<10	<10	<10	<10	<10	<100	560	<2000	0.04	4.76	2	2
	10	<10	<10	<10	<10	<10	<100	<100	8200	1.65	0.92	0	3
比較例 3	11	<10	<10	<10	<10	<10	<100	<100	<2000	20	0.91	25	28
	12	<10	<10	<10	<10	<10	<100	<100	<2000	<0.01	66	39	33

表3から明らかなように、Ag含有量およびAu含有量を低減した本発明のGe合金スパッタリングターゲット

は、マイクロアークの発生数が少なく、それに伴ってスパッタ膜中のダスト数も低減されていることが分かる。

【0060】実施例4、比較例4

まず、AgおよびAuの含有量を変化させた7種類のGe粉末を用意した。実施例4の各ターゲット（試料No1～3）については、各Ge粉末をカーボン型内に充填してホットプレス装置にセットし、まず6.7Pa以下の真空雰囲気中にて600℃×2hの条件で脱ガス処理をそれぞれ実施した。次いで、同様な真空雰囲気中で25MPaの圧力を加えつつ930℃まで昇温し、この圧力および温度で5時間保持することによって、それぞれターゲット材料としてのGe焼結体を作製した。焼結後の冷却は雰囲気をArで置換し、かつ10℃/minの冷却速度で実施した。

【0061】また、比較例4のターゲットのうち、試料No4、5の各ターゲットについては、焼結条件のうち、脱ガス処理温度を700℃とすると共に、処理時間を10時間に変更してGe焼結体を作製した。比較例4のターゲットのうち、試料No6、7の各ターゲットについては、実施例4と同一条件で焼結工程を実施してそれぞれGe焼結体を作製した。

	試料 No	Geターゲット					マイクロ アーク数 (回/300s)	ダスト数 (p/枚)
		Ag量 (ppm)	Au量 (ppm)	Ag量の バラツキ (%)	Au量の バラツキ (%)	Ag+Au量 のバラツキ (%)		
実施例 4	1	2	9	2.3	0.4	3.5	0	0
	2	1	0.1	35.0	3.5	7.4	1	3
	3	0.01	0.3	2.1	42.2	38.1	5	7
比較例 4	4	560		2.1	1.1	4.6	20	9
	5	0.6	670	1.5	0.2	3.8	18	11
	6	630	730	15.4	9.8	20.7	17	28
	7	790	660	31.2	66.4	49.3	29	44

表4から明らかなように、本発明のGeスパッタリングターゲットは、マイクロアークの発生数が少なく、それに伴ってスパッタ膜中のダスト数も低減されていることが分かる。

【0065】実施例5、比較例5

まず、AgおよびAuの含有量を変化させた7種類のGe粉末を用意し、これらにGe-10at%Taの組成となるように、それぞれ所定量のTa粉末を添加した後、ボールミルで24時間混合した。ボールミルによる混合はAr雰囲気中で実施した。

【0066】実施例5の各ターゲット（試料No1～3）については、各混合粉末をカーボン型内に充填してホットプレス装置にセットし、まず6.7Pa以下の真空雰囲気中にて600℃×2hの条件で脱ガス処理をそれぞれ実施した。次いで、同様な真空雰囲気中で25MPaの圧力を加えつつ880℃まで昇温し、この圧力および温度で5時間保持することによって、それぞれターゲット材料としてのGe-Ta合金焼結体を作製した。焼結後の冷却は雰囲気をArで置換し、かつ10℃/minの冷却速度で実施した。

【0067】また、比較例5のターゲットのうち、試料No4、5の各ターゲットについては、焼結条件のうち、脱ガス処理温度を700℃とすると共に、処理時間を10時間

【0062】このようにして作製した各Ge焼結体を所望のターゲット寸法（直径180mm×厚さ6mm）に機械加工した後、Cu製バックングプレートにろう付け接合することによって、7種類のGeスパッタリングターゲットをそれぞれ得た。各ターゲットの元素含有量は実施例1と同様にして分析した。さらに、各ターゲット中のAg含有量のバラツキ、Au含有量のバラツキ、AgとAuの合金含有量のバラツキを、それぞれ前述した方法にしたがって測定、評価した。

【0063】得られた7種類のGeターゲットをそれぞれ用いて、実施例1と同一条件で直径120mmのポリカーボネート基板上にGe膜を成膜した。この成膜工程におけるマイクロアークの発生回数（/5min）を、実施例1と同様にして調べた。さらに、得られたGe膜中のダスト数についても同様にして測定した。これらの結果を表4に示す。

【0064】

【表4】

に変更してGe-Ta合金焼結体を作製した。比較例5のターゲットのうち、試料No6、7の各ターゲットについては、実施例5と同一条件で焼結工程を実施してそれぞれGe-Ta合金焼結体を作製した。

【0068】このようにして作製した各Ge-Ta合金焼結体を所望のターゲット寸法（直径180mm×厚さ6mm）に機械加工した後、Cu製バックングプレートにろう付け接合することによって、7種類のGe-Ta合金ターゲットをそれぞれ得た。各ターゲットの元素含有量は実施例1と同様にして分析した。さらに、各ターゲット中のAg含有量のバラツキ、Au含有量のバラツキ、AgとAuの合金含有量のバラツキを、それぞれ前述した方法にしたがって測定、評価した。

【0069】得られた7種類のGe-Ta合金ターゲットをそれぞれ用いて、実施例1と同一条件で直径120mmのポリカーボネート基板上にGe膜を成膜した。この成膜工程におけるマイクロアークの発生回数（/5min）を、実施例1と同様にして調べた。さらに、得られたGe-Ta合金膜中のダスト数についても同様にして測定した。これらの結果を表5に示す。

【0070】

【表5】

	試料 No	Ge-10at%Taターゲット					マイクロ アーク数 (回/300s)	ダスト数 (p/枚)
		Ag量 (ppm)	Au量 (ppm)	Ag量の バラツキ (%)	Au量の バラツキ (%)	Ag+Au量 のバラツキ (%)		
実施例 5	1	1	6	1.7	0.4	1.1	0	0
	2	0.01	0.4	33.5	4.7	29.6	7	5
	3	0.001	0.5	3.2	46.7	33.4	16	9
比較例 5	4	700		5.3	2.4	4.8	23	20
	5	0.01	540	1.7	1.3	1.6	21	31
	6	510	880	12.4	16.7	13.8	41	26
	7	530	510	40.2	43.2	41.6	35	47

表5から明らかなように、本発明のGe合金スパッタリングターゲットは、マイクロアークの発生数が少なく、それに伴ってスパッタ膜中のダスト数も低減されていることが分かる。

【0071】

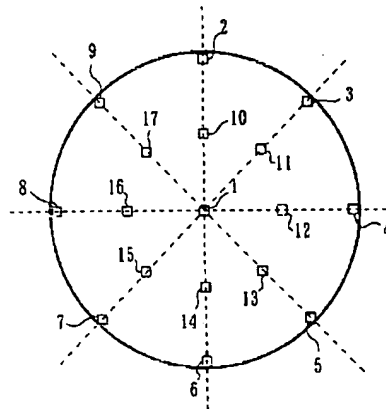
【発明の効果】以上説明したように、本発明のスパッタリングターゲットによれば、Ge単体膜、Ge化合物膜、Ge合金膜などを成膜する際に、ターゲットへの投

入電力を増大させた場合においてもマイクロアークの発生を有効に抑制することができる。従って、短いタクトタイムで良好なGe単体膜、Ge化合物膜、Ge合金膜などを再現性よく得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明のスパッタリングターゲットにおけるAgおよびAuの含有量の測定方法を説明するための図である。

【図1】



フロントページの続き

(72)発明者 石上 隆
神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株
式会社東芝横浜事業所内

Fターム(参考) 4K029 AA11 BA21 BD12 CA05 DC04
DC08 DC09 DC24
5D121 AA01 AA03 EE03 EE09 EE10
EE14